

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-138219

(P2002-138219A)

(43)公開日 平成14年5月14日(2002.5.14)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テレポート(参考)
C 0 9 C 3/10		C 0 9 C 3/10	4 J 0 0 2
C 0 8 G 65/22		C 0 8 G 65/22	4 J 0 0 5
	65/26	65/26	4 J 0 3 7
C 0 8 K 3/00		C 0 8 K 3/00	
C 0 8 L 21/00		C 0 8 L 21/00	

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-334156(P2000-334156)

(22)出願日 平成12年11月1日(2000.11.1)

(71)出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72)発明者 瀧澤 信幸

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研  
究所内

(74)代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外4名)

最終頁に続く

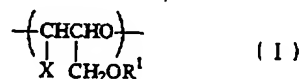
(54)【発明の名称】 表面改質剤

(57)【要約】

【課題】 幅広い各種無機固体を、媒質、特に高極性媒質に分散させるために有用な表面改質剤、表面改質された無機固体、並びにこれを含む組成物の提供。

【解決手段】 重合単位(1)を有するポリエーテルからなる無機固体の表面改質剤、及びこの表面改質剤で表面の少なくとも一部を被覆された無機固体、並びにこの表面改質剤と無機固体とを含む合成樹脂、ゴム及び液体組成物。

【化1】



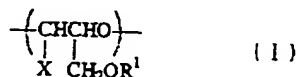
エチル基以外の炭化水素基でqは1である。]

〔式中、XはH又はC<sub>1-12</sub>のアルキル基、R<sup>1</sup>は式-(A)  
0、-(B)、-(C)、-Zで表される基、AはC<sub>1-12</sub>のアルキレン基、BはC<sub>1-12</sub>の2価の炭化水素基、Yはエステル基、Zはシアノ基、C<sub>1-12</sub>の1価の炭化水素基又はC<sub>1-12</sub>のアシル基、mは0~50の数、p及びqは0又は1。但し、XがHでZがアシル基の場合、p及びqは0、XがHでZが炭化水素基の場合、Zはメチル基及び

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルからなる無機固体の表面改質剤。

【化1】



【式中、Xは水素原子又は炭素数1～12のアルキル基を示す。R<sup>1</sup>は式-(AO)-、-(B)-、-(Y)-、-Zで表される基を示す。ここで、Aは炭素数1～50のアルキレン基を示し、m個のAは同一でも異なっても良い。Bは炭素数1～50の2価の炭化水素基、Yはエステル基、Zはシアノ基、炭素数1～50の1価の炭化水素基又は炭素数2～51のアシル基、mは0～50の数、p及びqは0又は1を示す。但し、Xが水素原子で、Zがアシル基の場合、p及びqは0であり、Xが水素原子で、Zが炭化水素基の場合、Zはメチル基及びエチル基以外の炭化水素基で、qは1である。】

【請求項2】 請求項1記載の表面改質剤で表面の少なくとも一部を被覆された無機固体。

【請求項3】 請求項1記載の表面改質剤と無機固体を含有する合成樹脂組成物。

【請求項4】 請求項1記載の表面改質剤と無機固体を含有するゴム組成物。

【請求項5】 請求項1記載の表面改質剤と無機固体を含有する液体組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、無機固体を各種媒質、特に高極性媒質に分散させるために有用な表面改質剤、及び表面改質された無機固体、並びにこれを含有する、合成樹脂分野等に有用な組成物に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】シリカ、酸化チタン、アルミナ、炭酸カルシウム、水酸化アルミニウム、カーボンブラック、導電性金属粉、ガラスファイバー、カーボンファイバー、粘土鉱物、顔料(金属酸化物やレーキ)等の無機固体が種々の目的のために、合成樹脂組成物、ゴム組成物、液体組成物の配合物として、あるいはそれ自身が機能性粉体(例えば化粧料用粉体)として用いられている。この場合、無機固体の表面特性が各種組成物又は機能性粉体の物性に大きく影響し、しばしば意図した機能の実現を著しく抑制する。

【0003】例えば、合成樹脂組成物や液体組成物において、無機固体表面の有機親和性の欠如が媒質(以下、組成物において連続相を形成するものを媒質という)との界面剥離や無機固体の凝集をもたらし、作業性が大幅に低下するだけでなく、これが材料強度の大幅低下や脆弱化、色相悪化、不導体化、顔料の沈降分離といった致命的な問題の原因となる。また、機能性粉体において、

凝集体の生成、帯電特性や流動性の低下、さしみ感等の不快な感觸の発現等を引き起こす。これらの問題は無機固体を多量に使用した場合や微細な無機固体を使用した場合のように媒質と無機固体の界面の総面積が大きくなる場合に特に顕著となり、無機固体のより有効な利用を大幅に制限する。

【0004】このような問題を緩和するために、各種の表面改質剤が用いられてきた。例えばシランカップリング剤は極めて高価である上、これにより表面処理された無機固体の有機物親和性は充分なものではなかった。さらに、シランカップリング剤が有効に働くのはその官能基の特性上、シリカ、ガラスファイバー、アルミナ等に限定され、酸化チタン、炭酸カルシウム、カーボンブラック、グラファイト等、反応性に欠けるものには全く機能しないという重大な欠点を有していた。

【0005】その他の安価な無機固体の表面改質剤として、アニオン、カチオン又はノニオン性の低分子界面活性剤や脂肪酸が用いられることがあるが、これらの無機固体表面の被覆力は極めて弱く、表面改質剤として極めて限定的な領域でしか使用することができなかった。

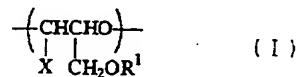
【0006】本発明の課題は、幅広い各種無機固体を、媒質、特に高極性媒質に分散させるために有用な表面改質剤、表面改質された無機固体、並びにこれを含有する組成物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、一般式(1)で表される重合単位(以下重合単位(1)という)を有するポリエーテルからなる無機固体の表面改質剤(以下、本発明の表面改質剤という)、及び本発明の表面改質剤で表面の少なくとも一部を被覆された無機固体、並びに本発明の表面改質剤と無機固体とを含有する合成樹脂、ゴム及び液体組成物を提供する。

【0008】

【化2】



【0009】【式中、Xは水素原子又は炭素数1～12のアルキル基を示す。R<sup>1</sup>は式-(AO)-、-(B)-、-(Y)-、-Zで表される基を示す。ここで、Aは炭素数1～50のアルキレン基を示し、m個のAは同一でも異なっても良い。Bは炭素数1～50の2価の炭化水素基、Yはエステル基、Zはシアノ基、炭素数1～50の1価の炭化水素基又は炭素数2～51のアシル基、mは0～50の数、p及びqは0又は1を示す。

【0010】但し、Xが水素原子で、Zがアシル基の場合、p及びqは0であり、Xが水素原子で、Zが炭化水素基の場合、Zはメチル基及びエチル基以外の炭化水素基で、qは1である。】

【0011】

## 【発明の実施の形態】〔1〕無機固体

本発明における無機固体の種類や形態に制限はない。例えば、(イ)シリカ、酸化チタン、アルミナ、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、フェライト、コバルト変性酸化鉄、マグネタイト、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 、酸化インジウム-酸化スズ、酸化マグネシウム、酸化カルシウム等の金属酸化物、(ロ)水酸化ナトリウム、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム等の金属水酸化物、(ハ)炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム(石膏)、硫酸バリウム、塩化ナトリウム、チタン酸カリウム、タルク等のその他金属塩、(ニ)窒化ホウ素、窒化アルミニウム、窒化チタン、窒化ケイ素、シリコンカーバイド等の非酸化物系セラミックス類、(ホ) $\alpha$ -鉄粉、銀粉、銅粉、ケイ素粉等の金属粉、(ヘ)カーボンブラック、グラファイト、カーボンフィスカー等の炭素材、(ト)マイカ、スメクタイト(モンモリロナイト等)、セリサイト等の粘土鉱物、(チ)ガラスファイバー、カーボンファイバー、炭化珪素繊維、アルミナ繊維、 $\beta$ -ウオラストナイト、ゾノライト、チタン酸カリウム繊維、硼酸アルミニウム繊維、テトラボット状酸化亜鉛、塩基性硫酸マグネシウム繊維、窒化ケイ素繊維等の、繊維状あるいは針状無機固体、(リ)ベンガラ、鉛白、黄鉛、紺青、チタン白等の無機顔料、(ヌ)フタロシアニンブルー、染色レーキ等の金属イオン含有有機固体(本発明において、金属イオンを含有していれば有機固体も本発明の無機固体とする)等が使用できる。これらの無機固体の2種以上を混合して用いても良い。

【0012】また、形態として、粒子状でも針状でも又は繊維状でも良い。粒子状である場合、その平均粒径は0.8nm~1mmが好ましく、さらに好ましくは3nm~300 $\mu$ mであり、特に好ましくは5nm~10 $\mu$ mである。針状である場合、その平均粒径は0.8nm~1mmが好ましく、さらに好ましくは3nm~300 $\mu$ mであり、特に好ましくは5nm~50 $\mu$ mである。繊維状である場合、その断面の平均直径は0.8nm~1mmが好ましく、さらに好ましくは3nm~300 $\mu$ mであり、特に好ましくは5nm~10 $\mu$ mである。

## 【0013】〔2〕表面改質剤

重合単位(1)において、Xは水素原子が好ましい。R<sup>1</sup>中、Aは好ましくは炭素数1~3のアルキレン基であり、mは好ましくは0~20の数であり、Bは、好ましくは炭素数1~42、さらに好ましくは炭素数1~22の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基又はアルケニレン基、あるいは好ましくは炭素数7~42、さらに好ましくは炭素数7~28のアリーレン基を有するアルキレン基又はアルケニレン基あるいはフェニレン基である。Yのエステル基は、-COO-又は-OCO-で表される基である。

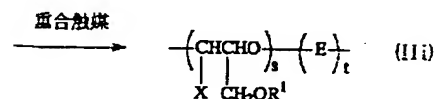
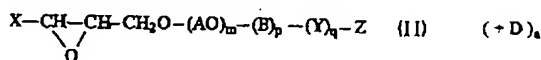
【0014】Zがシアノ基の場合、Bは炭素数1~22

の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基又はアルケニレン基、あるいはフェニレン基であるのがさらに好ましい。Zが炭化水素基の場合、炭素数1~50であり、好ましくは炭素数1~42、さらに好ましくは炭素数1~22の直鎖もしくは分岐鎖のアルキレン基又はアルケニレン基、あるいは好ましくは炭素数7~42、さらに好ましくは炭素数7~28のアリールアルキル基又はアルキルアリール基、あるいはフェニル基が好ましい。Zがアシル基の場合、炭素数2~51であり、好ましくは炭素数1~42、さらに好ましくは炭素数1~22の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、あるいは好ましくは炭素数7~42、さらに好ましくは炭素数7~28のアリールアルキル基もしくはアルキルアリール基あるいはフェニル基に、カルボニル基が結合したものが好ましい。これらZの中ではアシル基及びシアノ基が特に好ましい。

【0015】本発明の表面改質剤は、一般式(II)で表される置換エポキシド(以下置換エポキシド(II)という)を重合するか、この置換エポキシド(II)と他のモノマーとを共重合して得られ、一般式(III)で表すことができる。この反応式を以下に示す。

【0016】

【化3】



【0017】〔式中、X、A、B、Y、Z、m、p、q及びR<sup>1</sup>は前記の意味を示す。Dは置換エポキシド(II)と共重合し得るその他モノマーを示す。EはモノマーD由来の重合単位を示す。aは0又は1の数を示す。s及びtはそれぞれの重合単位の繰り返し数を示す。但し、a=0の場合、t=0であり、a≠0の場合、t≠0である。この場合においてsは、好ましくは5~2,000,000、より好ましくは5~1,000,000、特に好ましくは10~100,000である。tは好ましくは1~100,000である。〕

本発明の表面改質剤(III)においては、Xや、R<sup>1</sup>中のA、B、Y、Zは複数の種類であってもよいが、その場合、主鎖におけるそれらの配列様式は、ブロック、交互、ランダム何れであっても良い。また、表面改質剤(III)が重合単位Eを有する場合、配列様式はブロック、交互、ランダム何れであっても良い。

【0018】モノマーDとして、エチレンオキシド、置換エポキシド(II)以外の置換エポキシド、又はエポキシド以外のアニオン重合性モノマーが例示される。好ましい例として、エチレンオキシド、プロピレンオキシ

ド、炭素数4～22のアルキレンオキシド、3-パーフルオロアルキル-1,2-エポキシプロパン、4又は6又は7員環ラクトン類、5又は6員環カーボネート類、ラクタム類、ヘキサメチルシクロトリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、メチル(メタ)アクリレート等の(メタ)アクリル酸エステル類、スチレン、ブタジエン、イソプレン、炭素数5～22の末端オレフィン類等が例示される。

#### 【0019】〔3〕表面改質剤で表面被覆された無機固体

本発明の表面改質剤で表面の少なくとも一部又は全てを被覆することによって表面の媒質に対する親和性が改善された無機固体を得ることができる。特に無機固体表面が高い親水性を示す場合、本発明の表面改質剤の主鎖のエーテル結合及びその近傍の構造に由来する親水性部位が無機固体表面との間に強い親和性を持つため、無機固体の表面を強固に被覆することができる。被覆方法は、湿式混合法、乾式混合法の何れであっても良い。また、本発明の表面改質剤が常温(例えば25℃)で液状であるか又は加熱により融解して液状となる場合、この融解状態で無機固体と混合しても良い。

【0020】本発明の表面改質剤で無機固体表面を被覆する場合の表面改質剤の使用量は、無機固体の比表面積、すなわち平均粒径や多孔度等に依存するが、無機固体100重量部に対し、本発明の表面改質剤0.001～300重量部が好ましく、さらに好ましくは0.05～100重量部である。

【0021】ここで、本発明の表面改質剤は、単独で用いても良いし、2種類以上を併用しても良い。また、公知の表面改質剤、分散剤、界面活性剤、カップリング剤等を併用できる。

#### 【0022】〔4〕無機固体含有組成物

本発明の無機固体含有組成物を構成する媒質は、溶解度係数 $\delta$ が $18.5(\text{MPa})^{1/2}$ 以上の有機物であることが好ましい。本発明の組成物を得る場合、無機固体を表面改質した後、媒質と混合しても良いし、媒質と表面改質剤との混合物に無機固体を混合しても良いし、媒質と無機固体の混合物に表面改質剤を混合しても良い。

#### 【0023】〈4-1〉合成樹脂組成物

本発明の表面改質剤と無機固体を含有する合成樹脂組成物に用いられる樹脂は、溶解度係数 $\delta$ が $18.5(\text{MPa})^{1/2}$ 以上であることが好ましい。具体的には、ポリメチルメタクリレート、エチレン/酢酸ビニル共重合体、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル/酢酸ビニル共重合体、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリアクリロニトリル、アクリロニトリル/スチレン共重合体、アクリロニトリル/ブタジエン/スチレン共重合体、AES樹脂、ポリアミド6、ポリアミド66、ポリアミド12、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリサルホン、ポリアリルアミン、ポリフェニレンオキシ

ド、アルキッド樹脂等の熱可塑性樹脂、及びそれらの誘導体、並びにそれらを含む共重合体や、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラミン樹脂、ウレア樹脂、ポリエステル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂及びそれらの誘導体が例示される。これらの中で、ポリメチルメタクリレート、エチレン/酢酸ビニル共重合体、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリアクリロニトリル、アクリロニトリル/スチレン共重合体、アクリロニトリル/ブタジエン/スチレン共重合体、ポリアミド6、ポリアミド66、ポリアミド12、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリサルホン、ポリアリルアミン、ポリフェニレンオキシド、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド、ポリウレタン、メラミン樹脂、ウレア樹脂、ポリエステル樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等が好ましく、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、ポリアクリロニトリル、アクリロニトリル/スチレン共重合体、アクリロニトリル/ブタジエン/スチレン共重合体、不飽和ポリエステル樹脂等がさらに好ましい。

【0024】この場合、合成樹脂100重量部に対し、無機固体は好ましくは0.01～500重量部、さらに好ましくは0.1～300重量部配合される。

【0025】その他、滑剤、核剤、可塑剤、充填剤、帯電防止剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、光安定剤、発泡剤、架橋剤等の各種添加剤を含有しても良い。

#### 【0026】〈4-2〉ゴム組成物

本発明の表面改質剤と無機固体を含有するゴム組成物に用いられるゴムは、溶解度係数 $\delta$ が $18.5(\text{MPa})^{1/2}$ 以上であることが好ましい。例えばスチレン-ブタジエンゴム、アクリロニトリル-ブタジエンゴム、クロロブレンゴム、ウレタンゴム、エビクロロヒドリンゴム等の合成ゴムが例示される。これらのうち、スチレン-ブタジエンゴム、アクリロニトリル-ブタジエンゴム、クロロブレンゴム、ウレタンゴム、エビクロロヒドリンゴムが好ましく、スチレン-ブタジエンゴム、アクリロニトリル-ブタジエンゴム、クロロブレンゴムがさらに好ましい。

【0027】なお、ゴム組成物を得るには、架橋操作を行う前に無機固体、及び本発明の表面改質剤を混合しておくことが好ましい。

【0028】この場合、ゴム100重量部に対し、無機固体は好ましくは0.01～500重量部、さらに好ましくは0.1～300重量部配合される。

#### 【0029】〈4-3〉液体組成物

本発明の表面改質剤と無機固体を含有する液体組成物に用いられる液状物質は、溶解度係数 $\delta$ が $18.5(\text{MPa})^{1/2}$ 以上であることが好ましい。具体的には酢酸エチル、シクロヘキサノン、エーテル、テトラヒドロフラン等に代表されるエーテル、エステル又はケトン系の極性溶剤、メ

タノール、エタノール、プロパノール、ブタノール等のアルコール類等が例示される。これらのなかでエーテル、エステル又はケトン系の極性溶剤、アルコール類が好ましく、酢酸エチル、シクロヘキサノン、エーテル、エタノール、プロパノールがさらに好ましい。

【0030】この場合、液状物質100重量部に対し、無機固体は好ましくは0.005~300重量部、さらに好ましくは0.05~100重量部配合される。

【0031】

【実施例】合成した表面改質剤の数平均分子量（以下Mnと略記する）はGPC測定により標準ポリスチレン換算の分子量として求めた。測定にはウォーターズ社製150C型を使用し、カラムは昭和電工社製Shodex HT-806MX 1本、Shodex HT-803×2本を使用した（カラム温度：130℃、溶離液o-ジクロロベンゼン）。

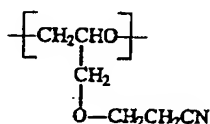
【0032】合成例1

2-シアノエチルグリシジルエーテル4g【一般式(II)において、X：水素原子、B：エチレン基、Z：シアノ基、m：0、p：1、q：0】を、サマリウムアルコキシド-メチルアルモキサン触媒1モル%（置換エポキシド(II)に対するモル%、以下同じ）を用いて重合した（130℃、12時間）。反応液から再沈精製により、白色固体の下記式で表される表面改質剤①を得た。Mnは6万であった。

【0033】

【化4】

表面改質剤①



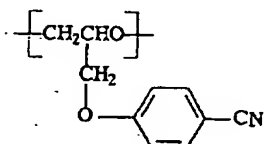
【0034】合成例2

4-シアノフェニルグリシジルエーテル4g【一般式(I)において、X：水素原子、B：フェニレン基、Z：シアノ基、m：0、p：1、q：0】を、サマリウムアルコキシド-メチルアルモキサン触媒1モル%を用いて重合した（130℃、12時間）。反応液から再沈精製により、白色固体の下記式で表される表面改質剤②を得た。Mnは1.5万であった。

【0035】

【化5】

表面改質剤②



【0036】合成例3

グリシジルブチレート4g【一般式(II)において、X： 50

(5)

特開2002-138219

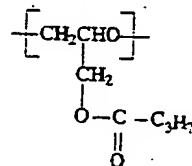
8

水素原子、Z：ブチリル基、m：0、p：0、q：0】を、サマリウムアルコキシド-メチルアルモキサン触媒1モル%を用いて重合した（130℃、12時間）。反応液から再沈精製により、白色固体の下記式で表される表面改質剤③を得た。Mnは2.3万であった。

【0037】

【化6】

表面改質剤③



【0038】実施例1

超微粒子シリカ（日本アエロジル社製、アエロジル200：平均粒径12nm、BET比表面積200±25m<sup>2</sup>/g）500gをヘンシェルミキサーで攪拌しながら、表面改質剤①の10%トルエン溶液25mlを添加した。換気しながら5分間攪拌し、表面改質された超微粒子シリカを得た。

【0039】実施例2

表面改質剤①の代わりに表面改質剤②を用いた以外は実施例1と同様の操作で表面改質された超微粒子シリカを得た。

【0040】実施例3

表面改質剤①の代わりに表面改質剤③を用いた以外は実施例1と同様の操作で表面改質された超微粒子シリカを得た。

【0041】比較例1

30 表面改質剤①の代わりにγ-アミノプロピルトリエトキシシランの10%エタノール溶液を用いた以外は実施例1と同様の操作でシランカップリング剤で表面改質された超微粒子シリカを得た。

【0042】実施例4

ベンガラ（バイエル社製、バイフェロックS140M）5g、表面改質剤①0.12gを酢酸エチル（溶解度係数δ：18.6(kPa)<sup>1/2</sup>）50g中に添加し、50℃に加熱しながら充分に攪拌した後、室温まで冷却し、表面改質されたベンガラを得た。

40 【0043】実施例5

表面改質剤①の代わりに表面改質剤②を用いた以外は実施例4と同様の操作で表面改質されたベンガラを得た。

【0044】実施例6

表面改質剤①の代わりに表面改質剤③を用いた以外は実施例4と同様の操作で表面改質されたベンガラを得た。

【0045】比較例2

表面改質剤①の代わりにγ-アミノプロピルトリエトキシシラン0.3gを用いた以外は実施例4と同様の操作でシランカップリング剤で表面改質されたベンガラを得た。

## 【0046】試験例1

実施例1～3、比較例1で得られた表面改質されたシリカ10g、ポリカーボネート（溶解度係数 $\delta$ :19.4(MPa)<sup>1/2</sup>、帝人株式会社製バンライト）90gを二軸混練機を用いてまぜ、ペレット化した。得られたペレットを0.5mmの板状にプレス成形した。このペレットを無作為に\*

\* 10カ所選んで光学顕微鏡で撮影（100倍）し、得られた写真画像を画像解析することによりその中に含まれるシリカ凝集粒の個数を算出した。結果を表1に示す。

【0047】

【表1】

	2 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)	10 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)
実施例1	11.0	2.0
実施例2	10.0	5.0
実施例3	7.0	2.0
比較例1	11.0	34.0

## 【0048】試験例2

実施例1～3、比較例1で得られた表面改質されたシリカ10g、アクリロニトリル-スチレン樹脂（溶解度係数 $\delta$ :20(MPa)<sup>1/2</sup>、テクノポリマー社製サンレックスS10）90gを二軸混練機を用いてまぜ、ペレット化した。得られたペレットを0.5mmの板状にプレス成形した。この※

※ ペレットを無作為に10カ所選んで光学顕微鏡で撮影（100倍）し、得られた写真画像を画像解析することによりその中に含まれるシリカ凝集粒の個数を算出した。結果を表2に示す。

【0049】

【表2】

	2 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)	10 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)
実施例1	2.0	0.0
実施例2	2.0	0.0
実施例3	1.5	0.0
比較例1	8.0	18.0

## 【0050】試験例3

実施例1～3、比較例1で得られた表面改質されたシリカ100g、アクリロニトリル-ブタジエンゴム（溶解度係数 $\delta$ :18.6(MPa)<sup>1/2</sup>、日本ゼオン社製ニボール1041）900g、加硫促進剤10gをバンバリーミキサーを用いて混練し、2mmのシート状に加硫成形した。このシートを★

★ 無作為に10カ所選んで光学顕微鏡で撮影（100倍）し、得られた写真画像を画像解析することによりその中に含まれるシリカ凝集粒の個数を算出した。結果を表3に示す。

【0051】

【表3】

	2 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)	10 $\mu$ m以上のシリカの割合 (%)
実施例1	2.0	0.0
実施例2	4.0	0.0
実施例3	2.0	0.0
比較例1	7.0	15.0

## 【0052】試験例4

実施例4～6、比較例2で得られた表面改質されたベンガラ酢酸エチル分散液を40℃の恒温室で保存し、分散状態の変化を目視で観察した。また、放冷直後の分散液☆

40☆の発色を目視で評価した。結果を表4に示す。

【0053】

【表4】

	分散状態	彩度
実施例4	3ヶ月間沈降なし	大幅に向上
実施例5	3ヶ月間沈降なし	大幅に向上
実施例6	3ヶ月間沈降なし	大幅に向上
比較例2	3日後にほぼ沈降	わずかに向上

[0054]

【発明の効果】本発明の表面改質剤は、無機固体を、樹\*

\* 脂、ゴム及び液体から選ばれる媒質、特に高極性媒質中に、微粒子化して、分散、安定化することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーム (参考)

C 0 8 L 71/02

C 0 8 L 71/02

101/00

101/00

F ターム (参考) 4J002 AC07X AC08X AC09X BB06X  
 BD03X BD10X BG06X BN07X  
 BN15X CC00X CD00X CF00X  
 CF06X CG00X CH00X CH02W  
 CH02I CH04X CH05W CH05I  
 CK02X CL00X CM04X CN03X  
 DA016 DA066 DD056 DE046  
 DE186 DE216 DF016 DG046  
 DJ006 DK006 DL006 FA026  
 FA046 FA076 FD096 GH00  
 HA05  
 4J005 AA09 AA11 BA00  
 4J037 AA02 AA04 AA08 AA09 AA10  
 AA11 AA15 AA18 AA22 AA24  
 AA27 CC25 EE03 EE28 EE43  
 EE44 FF15